



(19) **SU** ⁽¹¹⁾ **1 706 174** ⁽¹³⁾ **A3**
 (51) МПК⁶ **C 07 D 209/48**

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО
ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ СССР

(21), (22) Заявка: 4648605/04, 08.02.1989

(46) Дата публикации: 10.10.1995

(56) Ссылки: Авторское свидетельство СССР N
1648054, 1648055, кл. C 07C143/80, 1987.

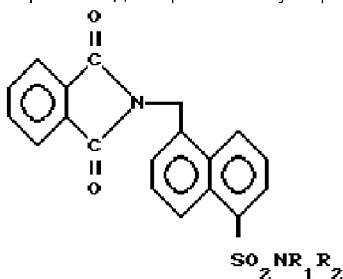
(71) Заявитель:
Институт биохимии АН ЛитССР,
Институт молекулярной генетики АН СССР

(72) Изобретатель: Недоспасов А.А.,
Палайма А.И., Бутенас С.Ю., Баранаскас Г.Ю.

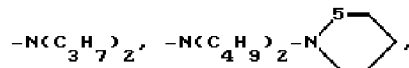
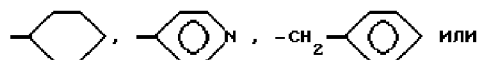
(73) Патентообладатель:
Институт биохимии Литовской АН

(54) N-ЗАМЕЩЕННЫЕ 5-ФТАЛИМИДОНАФТАЛИН-1-СУЛЬФАМИДЫ В КАЧЕСТВЕ ПОЛУПРОДУКТОВ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ N-ЗАМЕЩЕННЫХ АМИНОНАФТАЛИНСУЛЬФАМИДОВ

(57) Изобретение относится к гетероциклическим соединениям, в частности к N-замещенным 5-фталимидонафтилин-1-сульфамидам ф-лы где R₁-H



R₂ -алкил C₁, C₂, C₄, C₅, C₈



которые могут быть использованы в качестве полупродуктов для получения N-замещенных аминафталинсульфамидов. Цель выявления новых промежуточных соединений. Получение ведут переводом фталимидонафтилинсульфамидов в аминафталинсульфамиды действием гидразингидрата в органическом растворителе. 3 табл.

SU 1 706 174 A3

SU 1 706 174 A3



(19) **SU** ⁽¹¹⁾ **1 706 174** ⁽¹³⁾ **A3**
 (51) Int. Cl.⁶ **C 07 D 209/48**

STATE COMMITTEE
 FOR INVENTIONS AND DISCOVERIES

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 4648605/04, 08.02.1989

(46) Date of publication: 10.10.1995

(71) Applicant:
 Institut biokhimii AN LitSSR,
 Institut molekularnoj genetiki AN SSSR

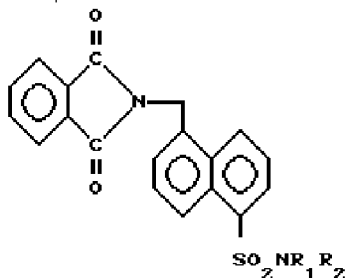
(72) Inventor: Nedospasov A.A.,
 Palajma A.I., Butenas S.Ju., Baranauskas G.Ju.

(73) Proprietor:
 Institut biokhimii Litovskoj AN

(54) **N-SUBSTITUTED 5-PHTHALIMIDONAPHTHALENE-1-SULFAMIDES AS SEMIPRODUCTS FOR SYNTHESIS OF N-SUBSTITUTED AMINONAPHTHALENESULFAMIDES**

(57) Abstract:

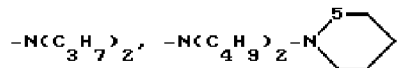
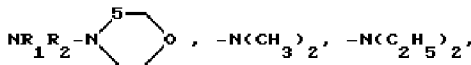
FIELD: heterocyclic compounds.
 SUBSTANCE: product: N-substituted
 5-phthalimidonaphthalene-1-sulfamides of the
 formula



where R₁ H; R₂ alkyl C₁, C₂, C₄, C₅, C₈,



or



Synthesis is carried out by conversion of phthalimidonaphthalenesulfamides to aminonaphthalenesulfamides by action with hydrazine hydrate in organic solvent. Synthesized compounds can be used as semiproducts for synthesis of N-substituted aminonaphthalenesulfamides. EFFECT: detection of new intermediate compounds. 3 tbl

SU 1 706 174 A3

SU 1 706 174 A3

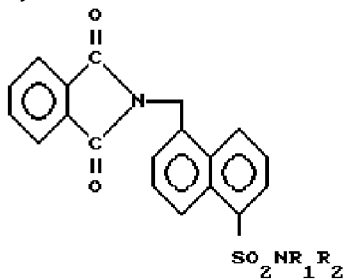
SU 1706174 A3

конечных 5-аминонафталин-1-сульфамидов.

Формула изобретения:

N-Замещенные

5-фталимидонафталин-1-сульфамиды общей формулы

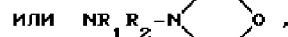


где R₁ H; R₂ алкил C₁, C₂, C₄, C₅, C₈,



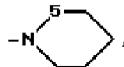
5

или



-N(CH₃)₂, -N(C₂H₅)₂, -N(C₃H₇)₂, -N(C₄H₉)₂,

10



в качестве полупродуктов для получения N-замещенных аминаонафталинсульфамидов.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

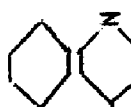
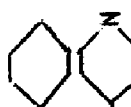
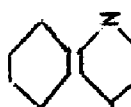
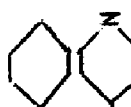
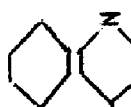
-4-

S U 1 7 0 6 1 7 4 A 3

S U 1 7 0 6 1 7 4 A 3

Таблица 1

Характеристики фталимидонафтилсульфамидов

Опыт	R ₁	R ₂	Температура плавления, °С	Выход, %	Брутто-формула	Данные элементного анализа, %		
						C	H	N
1	H	C ₂ H ₅	251-254	97	C ₂₀ H ₁₆ N ₂ SO ₄	63,24/63,15	4,21/4,24	7,40/7,36
2	H	C ₄ H ₉	231-234	81	C ₂₂ H ₂₀ N ₂ SO ₄	64,96/64,96	5,00/4,94	6,80/6,86
3	H	и-С ₄ H ₉	287-288	93	C ₂₂ H ₂₀ N ₂ SO ₄	64,94/64,69	4,96/4,94	6,89/6,86
4	H	т-С ₄ H ₉	265-267	85	C ₂₂ H ₂₀ N ₂ SO ₄	64,85/64,69	4,88/4,94	6,80/6,86
5	H	C ₅ H ₁₁	155-157	92	C ₂₃ H ₂₂ N ₂ SO ₄	65,54/65,39	5,26/5,25	6,67/6,63
6	H	C ₆ H ₁₇	155-158	98	C ₂₆ H ₂₈ N ₂ SO ₄	67,42/67,22	6,14/6,07	6,11/6,03
7	H		270-273	94	C ₂₄ H ₂₂ N ₂ SO ₄	66,41/66,34	5,11/5,10	6,53/6,45
8	H		216-218	73	C ₂₃ H ₁₅ N ₂ SO ₄	64,27/64,33	3,46/3,52	9,89/9,78
9	H		239-240	94	C ₂₅ H ₁₈ N ₂ SO ₄	67,82/67,86	4,19/4,10	6,14/6,33
10			211-215	95	C ₂₂ H ₁₈ N ₂ SO ₅	62,78/62,55	4,38/4,29	6,87/6,63
11	CH ₃	CH ₃	214-217	92	C ₂₀ H ₁₆ N ₂ SO ₄	62,96/63,15	4,23/4,24	7,59/7,36
12	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	202-204	93	C ₂₂ H ₂₀ N ₂ SO ₄	64,54/64,69	4,96/4,94	6,72/6,86
13	C ₃ H ₇	C ₃ H ₇	171-173	96	C ₂₄ H ₂₄ N ₂ SO ₄	66,49/66,04	5,61/5,54	6,54/6,42
14	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉	168-171	96	C ₂₆ H ₂₈ N ₂ SO ₄	67,43/67,22	6,08/6,07	6,28/6,03

3 A 1 7 0 6 1 7 4 S U







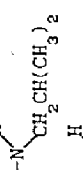
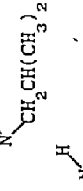
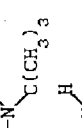
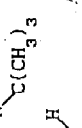





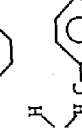




Продолжение табл. 1

Опыт	Данные элементного анализа, % (найденно / вычислено)	ПМР-спектр		
		(R ₁ , R ₂ , S	DMCO, δ м.д.)	δ м.д.)
1	8,39/8,43	0,96 (CH ₃)	2,86 (CH ₂)	2,85 (CH ₂)
2	7,83/7,85	0,71 (CH ₃)	1,27 (CH ₂)	2,61 (CH ₂)
3	7,69/7,85	0,76 (CH ₃)	1,58 (CH)	
4	7,82/7,85	1,10 (CH ₃)		
5	7,39/7,59	0,75 (CH ₃)	1,15 (CH ₂)	2,83 (CH ₂)
6	6,89/6,90	0,78 (CH ₃)	1,10 (CH ₂)	2,79 (CH ₂)
7	7,05/7,38	1,28 (CH ₂)	3,02 (CH)	
8	7,60/7,47	6,93 (C ₅ H ₄)	8,24 (C ₅ H ₄)	
9	6,99/7,25	4,08 (CH ₂)	7,16 (C ₆ H ₅)	
10	7,11/7,59	3,16 (CH ₂)	3,62 (CH ₂)	
11	8,35/8,43	2,77 (CH ₃)		
12	7,29/7,85	1,01 (CH ₃)	3,36 (CH ₂)	3,21 (CH ₂)
13	7,07/7,34	0,73 (CH ₃)	1,47 (CH ₂)	3,22 (CH ₂)
14	6,88/6,90	0,67 (CH ₃)	1,18 (CH ₂)	











S U 1 7 0 6 1 7 4 A 3

Получение 5-аминонафталин-1-сульфамидов

Таблица 2

Опыт	Исходный 5-фталимидонафталин-1-сульфамид (-NR ₄ R ₂)	Количество 5-фталимидонафталин-1-сульфамидов, г	Количество гидразингидрата, мл	5-Аминонафталин-1-сульфамид (-NR ₁ R ₂)	Выход	
					г	%
1		3,7	0,5		2,0	84
2		3,8	0,5		1,9	77
3		4,1	0,5		2,0	73
4		4,1	0,5		2,4	85
5		4,1	0,5		2,6	92
6		4,2	0,5		2,2	75
7		4,6	0,5		2,3	69
8		4,3	0,5		2,8	93
9		4,4	0,5		2,5	80
10		4,3	0,5		2,0*	60

Продолжение табл. 2





Опыт	Исходный 5-фталимидонафталин-1-сульфамид (-NR ₄ R ₂)	Количество 5-фталимидонафталин-1-сульфамида, г	Количество гидразингидрата, мл	5-Аминафталин-1-сульфамид (-NR ₁ R ₂)	Выход	
					г	%
11		3,8	0,5		2,3	90
12		4,1	0,5		2,7	95
13		4,4	0,5		2,5	80
14		4,6	0,5		2,8**	75
15		4,2	0,5		2,8	97

* Выделено в виде сольвата с метанолом.

**Выделено в виде гидрохлоридов.

Т а б л и ц а 3

Характеристики 5-аминонафталин-1-сульфамидов

Опыт	R ₁	R ₂	Температура плавления, °С	Выход, %	R*	Брутто-формула	Данные элементного анализа, %		
							С	Н	N
1	H	CH ₃	204-208	84	0,28	C ₂₂ H ₁₂ N ₂ SO ₂	55,86/55,91	5,18/5,12	11,60/11,85
2	H	C ₂ H ₅	130-133	77	0,45	C ₁₂ H ₁₄ N ₂ SO ₂	57,70/57,58	5,63/5,64	11,30/11,19
3	H	C ₄ H ₉	115-117	73	0,51	C ₁₄ H ₁₈ N ₂ SO ₂	60,11/60,41	6,25/6,52	10,14/10,06
4	H	и-C ₄ H ₉	138-139	85	0,52	C ₁₄ H ₁₈ N ₂ SO ₂	60,64/60,41	6,41/6,52	10,25/10,06
5	H	т-C ₄ H ₁₁	213-214	92	0,43	C ₁₄ H ₁₈ N ₂ SO ₂	60,47/60,41	6,50/6,52	10,29/10,06
6	H	C ₅ H ₁₁	97-98	75	0,53	C ₁₅ H ₂₀ N ₂ SO ₂	62,06/61,62	6,89/6,89	9,03/9,58
7	H	C ₈ H ₁₇	88-90	69	0,54	C ₁₈ H ₂₆ N ₂ SO ₂	65,04/64,64	7,80/7,84	8,09/8,37
8	H		233-234	93	0,38	C ₁₆ H ₂₀ N ₂ SO ₂	63,31/63,13	6,61/6,62	9,25/9,20
9	H		180-184	80	0,52	C ₁₇ H ₁₆ N ₂ SO ₂	65,38/65,36	5,24/5,16	8,78/8,97
10	H**		140-144	60	0,05	C ₁₈ H ₁₇ N ₃ SO ₃	58,09/57,99	5,40/5,17	13,06/12,68
11	CH ₃	CH ₃	127-128	90	0,56	C ₁₂ H ₁₄ N ₂ SO ₂	57,71/57,58	5,66/5,64	11,34/11,19
12	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	104-107	95	0,69	C ₁₄ H ₁₈ N ₂ SO ₂	60,24/60,41	6,53/6,52	10,17/10,06
13	C ₃ H ₇	C ₃ H ₇	143-144	80	0,64	C ₁₆ H ₂₂ N ₂ SO ₂	62,75/62,72	7,19/7,24	9,30/9,14
14	C ₄ H ₉ **	C ₄ H ₉	133-137	75	0,83	C ₁₈ H ₂₇ N ₂ SO ₂	58,29/58,29	7,26/7,34	7,65/7,56
15			181-182	97	0,56	C ₁₄ H ₁₆ N ₂ SO ₃	57,72/57,52	5,55/5,52	9,64/9,58

Опыт	Данные элементного анализа. % (найдено/вычислено)	ПМР-спектр		
		(R1, R2	DMCO.	δ м. д.)
1	13.42/13.57	2.38 (CH ₃)	2.72 (CH ₂)	2.74 (CH ₂)
2	12.88/12.81	0.83 (CH ₃)	1.20 (CH ₂)	2.46 (CH ₂)
3	10.82/11.52	0.64 (CH ₃)	1.48 (CH ₂)	
4	10.99/11.52	0.67 (CH ₃)		
5	11.51/11.52	1.00 (CH ₃)	1.07 (CH ₂)	2.75 (CH ₂)
6	10.54/10.96	0.66 (CH ₃)		
7	9.38/9.58	0.78 (CH ₃)	1.01 (CH ₂)	2.71 (CH ₂)
8	10.02/10.53	1.20 (CH ₃)	2.89 (CH ₂)	
9	10.40/10.26	3.95 (CH ₃)	7.10 (C ₆ H ₅)	
10	9.61/9.67	1.84 (CH ₃)	3.12 (OH)	
11	12.38/12.81	2.69 (CH ₃)	3.24 (CH ₂)	3.11 (CH ₂)
12	11.49/11.52	0.92 (CH ₃)	1.38 (CH ₂)	3.20 (CH ₂)
13	10.37/10.46	0.67 (CH ₃)	1.20 (CH ₂)	
14	8.54/8.64	0.68 (CH ₃)		
15	10.68/10.97	2.97 (CH ₂)	3.48 (CH ₂)	

* Хлороформ-этилацетат 2:1

** Сольват с метанолом.

*** Гидрохлорид (количество Cl в опыте 14 9.42/9.56).

SU 1706174 A3